



Document(b)

1/13

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C07C 69/653

C07C 69/54

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00129086.X

[43] 公开日 2001 年 5 月 2 日

[11] 公开号 CN 1293185A

[22] 申请日 2000.9.29 [21] 申请号 00129086.X

[30] 优先权

[32] 1999.10.7 [33] JP [31] 286974/1999 ✓

[71] 申请人 株式会社日本触媒

地址 日本大阪府

[72] 发明人 米田幸弘 洪泽文生 新谷恭宏
上冈正敏[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事
务所
代理人 刘金辉

权利要求书 1 页 说明书 11 页 附图页数 2 页

[54] 发明名称 (甲基)丙烯酸羟烷基酯的纯化方法

[57] 摘要

本发明提供了一种(甲基)丙烯酸羟烷基酯的纯化方法,该方法在蒸馏过程中可抑制副产物如二酯和丙烯酸二酯物的形成,并且能够确保(甲基)丙烯酸羟烷基酯的纯度,以及能够稳定地操作而不会引起聚合之类的麻烦。在通过(甲基)丙烯酸和氧化烯在催化剂存在下反应以及在反应后除去反应溶液中未反应的氧化烯和/或(甲基)丙烯酸从而获得的(甲基)丙烯酸羟烷基酯的纯化方法中,同时运用一种带有一部分空塔的蒸馏装置和一种薄膜蒸发装置。

ISSN 1008-4274

知识产权出版社出版



2/13



权利要求书

1. 一种(甲基)丙烯酸羟烷基酯的纯化方法, 该方法包括下述步骤: 通过(甲基)丙烯酸和氧化烯在催化剂存在下反应而获得反应溶液, 除去反应溶液中未反应的氧化烯和/或(甲基)丙烯酸从而获得(甲基)丙烯酸羟烷基酯,

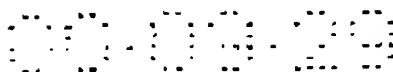
该纯化方法的特征在于, 同时运用一种带有一部分空塔的蒸馏装置和一种薄膜蒸发装置。

2. 根据权利要求1的(甲基)丙烯酸羟烷基酯的纯化方法, 其中将蒸馏装置的塔底馏出物供入薄膜蒸发装置, 并且使薄膜蒸发装置的馏出物经由管路中设有冷凝器的馏出物管线返回蒸馏装置。

3. 根据权利要求1或2的(甲基)丙烯酸羟烷基酯的纯化方法, 其中蒸馏装置带有一个再沸器。

4. 根据权利要求1至3中任一项的(甲基)丙烯酸羟烷基酯的纯化方法, 其中蒸馏装置在0.66~40hPa的操作压力下操作, 而薄膜蒸发装置在0.66~40hPa的操作压力下操作。

5. 根据权利要求1至4中任一项的(甲基)丙烯酸羟烷基酯的纯化方法, 其中蒸馏装置是包括多层筛板的蒸馏塔或者包括填充材料的蒸馏塔。



3/13

说明书

(甲基)丙烯酸羟烷基酯的纯化方法

本发明涉及一种(甲基)丙烯酸羟烷基酯的纯化方法。

通常,(甲基)丙烯酸和氧化烯在催化剂存在下反应可得到(甲基)丙烯酸羟烷基酯。然而,在此制备过程中,获得目标产物(甲基)丙烯酸羟烷基酯的同时也生成了副产物如亚烷基二醇二(甲基)丙烯酸酯(以下称为“二酯”),二亚烷基二醇(甲基)丙烯酸酯以及丙烯酸的二聚物。因此,必须进行提纯。

目前,作为通常的纯化方法,采用包括减压蒸馏反应溶液这一步骤的方法来进行分离和提纯(JP-B-300/1982)。然而,在此方法中,例如,使用蒸馏塔的时候,与该反应所用催化剂共存的(甲基)丙烯酸羟烷基酯长时间被置于较高温度下。因此,由残余丙烯酸生成的二酯和丙烯酸二聚物将会增加,目标产物(甲基)丙烯酸羟烷基酯的纯度将会降低,因易于发生(甲基)丙烯酸羟烷基酯的歧化反应从而导致出现产品质量问题。另外,还存在另一问题,即由于(甲基)丙烯酸羟烷基酯具有很强的聚合能力,所以处于高温下的(甲基)丙烯酸羟烷基酯会发生聚合。

另一方面,为了避免长时间处于高温下,可以考虑采用薄膜蒸发装置(该装置亦可称为薄膜蒸发器)的方法(德国专利No. 152540)。该方法非常有利于抑制副产物的生成和抑制聚合,并且蒸发表面的薄膜可通过薄膜蒸发装置内圆柱体的旋转和刮刀在蒸发表面搅拌溶液而得以保持。可是,问题在于,为形成液体薄膜,旋转和搅拌易于产生溅沫和雾沫夹带,而且溅沫和雾沫很容易污染蒸馏产物。

本发明的目的是提供一种(甲基)丙烯酸羟烷基酯的纯化方法,该方法在蒸馏过程中可抑制副产物如二酯和丙烯酸二聚物的形成,并且能够确保(甲基)丙烯酸羟烷基酯的纯度,以及能够稳定地操作而不会引起聚合之类的麻烦。



4/13

为解决上述问题，本发明人作了深入细致的研究。结果想到在(甲基)丙烯酸羧烷基酯的纯化方法中，该方法包括通过(甲基)丙烯酸和氧化烯在催化剂存在下反应而获得反应溶液，除去反应溶液中未反应的氧化烯和/或(甲基)丙烯酸从而获得(甲基)丙烯酸羧烷基酯的步骤，采取同时运用一种带有一部分空塔(vacant column)的蒸馏装置和一种薄膜蒸发装置的方式，由此可以进行(甲基)丙烯酸羧烷基酯的纯化，而不会引起前述问题，因为同时运用这些装置并且具备这些装置各自具有的特性而导致的多重效果。具体地，发明人发现：在催化剂存在下，通过同时运用薄膜蒸发装置，可以缩短溶液在高温下的停留时间，可以抑制杂质的生成，并且如果通过将处理过的产物送回蒸馏装置使得溅沫和雾沫夹带的污染问题不会产生，则可以确保产物的纯度。本发明就是以这种方式完成的。

也就是说，按照本发明的(甲基)丙烯酸羧烷基酯的纯化方法包括以下步骤：通过(甲基)丙烯酸和氧化烯在催化剂存在下反应而获得反应溶液，除去反应溶液中未反应的氧化烯和/或(甲基)丙烯酸从而获得(甲基)丙烯酸羧烷基酯，

该纯化方法的特征在于同时运用一种带有一部分空塔的蒸馏装置和一种薄膜蒸发装置。

本发明的这些和其他目的以及优点将由下述的详细说明而变得更加清楚。

图1是描述本发明纯化方法的一个实施例的流程图。

图2是描述对比实施例1的纯化方法的实施例的流程图。

图3是描述对比实施例2的纯化方法的实施例的流程图。

(附图标记的说明)

- 1: 蒸馏塔
- 2: 薄膜蒸发装置
- 3: 冷凝器
- 4: 馏出物管线
- 5: 再沸器

5/13



- 6: 蒸馏塔塔底馏出物排出管线
- 7: 蒸馏塔进料管线
- 8: 酯馏出物管线
- 9: 废液排出管线
- 12: 薄膜蒸发装置
- 13: 薄膜蒸发装置进料管线
- 14: 酯馏出物管线
- 15: 废液排出管线
- 21: 蒸馏塔
- 23: 蒸馏塔进料管线
- 24: 酯馏出物管线
- 25: 废液排出管线

对于优选适用于本发明特有纯化方法的(甲基)丙烯酸羟烷基酯制备方法的概述,作以下解释。即,首先,(甲基)丙烯酸和氧化烯在催化剂存在下进行加成反应。此时,经常提高氧化烯与(甲基)丙烯酸的反应摩尔比。即使丙烯酸转化率为100%,反应后在反应溶液中仍残留有未反应的氧化烯。如果丙烯酸转化率小于100%,反应后在反应溶液中通常残留有未反应的(甲基)丙烯酸和氧化烯。因此,可以将上述反应溶液引入除去反应溶液中这些未反应的原材料的方法中。然后,进行最后一个步骤即纯化,例如蒸馏,从而得到目标产物(甲基)丙烯酸羟烷基酯。本发明涉及一种纯化方法,该方法作为最后一个步骤用于上述制备过程中。

实施本发明时,优选用于制备(甲基)丙烯酸羟烷基酯(即提纯的目标产物)的原料为(甲基)丙烯酸和氧化烯。本发明所用的(甲基)丙烯酸意指丙烯酸或甲基丙烯酸。此外,可用于本发明的氧化烯优选具有2~6个碳原子的氧化烯,更优选具有2~4个碳原子。其实例包括环氧乙烷、环氧丙烷和环氧丁烷。

实施本发明时,对于上述(甲基)丙烯酸和氧化烯的反应中原料的混合比例,基于每1摩尔(甲基)丙烯酸,氧化烯的比例优选为1.0



6/13

摩尔或更多，更优选为1.0~2.0摩尔，进一步优选为1.03~1.7摩尔，最优选为1.1~1.5摩尔。若氧化烯的混合比小于1.0摩尔，则不可取，因为反应比例会变低且副产物会增多。此外，若氧化烯的混合比太高，出于经济性考虑这也是不可取的。

本发明中，在催化剂存在下（甲基）丙烯酸和氧化烯之间的反应可以根据这类反应中通常使用的方法来进行。通过将液体氧化烯导入（甲基）丙烯酸来进行该反应。此时，可以以分批操作、连续操作或间歇操作的方式加入氧化烯。并且当以连续操作或间歇操作方式加入氧化烯时，正如进行此类反应所采取的方式，可以通过所谓的熟化来完成反应，即通过加入氧化烯后连续不断的反应来完成。其反应温度通常优选为40~130℃，更优选为50~100℃。若反应温度低于40℃，则反应速率太低，以致于不能达到实际应用的水平。另一方面，若反应温度超过130℃，则会导致（甲基）丙烯酸或所生成的酯的聚合以及产物变性的出现，因此不可取。反应体系的压力取决于原料的种类或其混合比，但是反应通常在加压条件下进行。此外，对反应的气氛并没有特别的限制，但是反应可在惰性气体如氮气条件下进行。

实施本发明时，优选用于制备（甲基）丙烯酸烷基酯（即待纯化的目标产物）的催化剂不受特别的限制，可以采用此类反应中常用的催化剂。可用的催化剂实例有钛化合物，如三氯化钛和乙酸钛；铬化合物，如重铬酸钠、氯化铬以及不饱和酸的铬盐；胺类，如三烷基胺和含有叔胺基团的离子交换树脂。

为防止（甲基）丙烯酸酯聚合，反应中可使用稳定剂。可用的稳定剂不受特别的限制，可以使用此类反应中常用的聚合抑制剂。其实例包括酚类化合物，如氢醌、甲基氢醌、叔丁基氢醌、2,6-二叔丁基氢醌、2,5-二叔丁基氢醌、2,4-二甲基-6-叔丁基苯酚和氢醌单甲醚；对苯二胺类，如N-异丙基-N'-苯基对苯二胺、N-(1,3-二甲基丁基)-N'-苯基对苯二胺、N-(1-甲基庚基)-N'-苯基对苯二胺、N,N'-二苯基对苯二胺和N,N'-二-2-萘基对苯二胺；胺类化合物，如硫代二苯胺和吩噻嗪；二烷基二硫代氨基甲酸铜，如二丁基二硫代氨基甲酸铜、二乙基



7/13

二硫代氨基甲酸铜和二甲基二硫代氨基甲酸铜；亚硝基化合物，如亚硝基二苯胺、亚硝酸异戊基酯、N-亚硝基-环己基羟胺、N-亚硝基-N-苯基-N-羟胺及其盐；以及N-氧基化合物，如2,2,4,4-四甲基氮杂环丁烷-1-氧基、2,2-二甲基-4,4-二丙基氮杂环丁烷-1-氧基、2,2,5,5-四甲基吡咯烷-1-氧基、2,2,5,5-四甲基-3-氧代吡咯烷-1-氧基、2,2,6,6-四甲基哌啶-1-氧基、4-羟基-2,2,6,6-四甲基哌啶-1-氧基、6-氮杂-7,7-二甲基-螺(4,5)癸烷-6-氧基、2,2,6,6-四甲基-4-乙酰氧基哌啶-1-氧基和2,2,6,6-四甲基-4-苯甲酰基氧哌啶-1-氧基。其中典型例子包括氢醌、氢醌单甲醚、吩噻嗪和二丁基二硫代氨基甲酸铜。基于(甲基)丙烯酸的量，聚合抑制剂的用量通常为0.001-1(重量)%，优选为0.01~0.5(重量)%。

本发明的特征在于：当上述制备的反应溶液以蒸馏法进行提纯时，同时采用一种带有一部分空塔的蒸馏装置和一种薄膜蒸发装置。

带有一部分空塔的蒸馏装置优选通常所说的蒸馏塔。其结构可以只是简单蒸馏，具体实例包括精馏塔如填充塔、泡罩塔和孔板塔。尤其，其结构优选为包括多层筛板的蒸馏塔或者包括填充材料的蒸馏塔。若采用简单蒸馏方式，则优选包括丝网的蒸馏装置，装备丝网是为了防止溅沫和雾沫夹带的伴随。另外，考虑到要确保纯度和除去聚合产物，优选使用多层孔板塔。加热方式采用夹套型加热器或底部循环的壳管式换热器。至于蒸馏的压力条件，可以采用减压蒸馏。考虑到抑制聚合，其操作压力优选尽可能的低，但是优选为0.66-40hPa，更优选1.33~13hPa，进一步优选4~9.3hPa。蒸馏装置中溶液温度通常为70~130℃，优选80~110℃。

带有一部分空塔的蒸馏装置优选在本发明中包括再沸器。当处理量较小时，与蒸馏装置同时使用的薄膜蒸发装置可以部分地起再沸器的作用。可是，当处理量很大时，其传热面积不够。因此，通过进一步地同时使用薄膜蒸发装置可以避免上述问题。再沸器的形式不受特别限制，但壳管式换热器的实例包括纵向热虹吸式再沸器、纵向壳管式液膜顺流再沸器和强制循环沸腾器。考虑到抑制聚合，优选其传热

8/13

表面几乎没有气相的强制循环沸腾器。另外，由于其传热表面常被溶液湿润，溶液滞留量少，所以纵向壳管式液膜顺流再沸器中溶液停留时间较短，并且考虑到抑制聚合和生成杂质，故优选纵向壳管式液膜顺流再沸器。

本发明使用的薄膜蒸发装置可以是纵向装置和水平装置中的任一种。纵向装置的实例包括在带有夹套的筒体中带有垂直旋转轴的蒸馏装置，该装置使用搅拌叶轮或刮刀来形成薄膜以进行蒸发，例如Smith薄膜蒸发装置和Luwa薄膜蒸发装置。水平装置的实例包括在带有水平夹套的筒体中带有水平旋转轴的蒸馏装置，该装置通过滚子或刮刀的旋转形成薄膜以进行蒸发。

优选地，薄膜蒸发装置的压力条件接近于蒸馏装置的压力条件，更优选地，其与蒸馏的压力条件相同。尤其在实施本发明时，优选的是，带有一部分空塔的蒸馏装置以0.66-40hPa的操作压力操作，而薄膜蒸发装置也以0.66-40hPa的操作压力操作。可以用这种方法控制操作压力使薄膜蒸发装置保持更低的温度。甚至在提高进料量与底部出料量的比值(进料量/底部出料量，下文中称为浓度比)的条件下，这仍是优选的，因为这样可以抑制二聚物和副产物的形成，其中不存在聚合产物的麻烦，并且可以稳定地操作。

由于本发明同时使用带有一部分空塔的蒸馏装置和薄膜蒸发装置，因此，蒸馏装置的浓度比会降低，该装置底部温度的升高会减少，蒸馏装置的馏出量会增加且装置底部溶液的停留时间会减少。从而可以抑制蒸馏装置中二酯和高沸点物料的形成。此外，也不必太担心聚合的麻烦。

即使蒸馏装置的浓度比低，也可以提高同时使用的薄膜蒸发装置的浓度比。薄膜蒸发装置的优点在于形成的二酯和高沸点组分较少，在馏出蒸汽以及薄膜蒸发装置的冷凝液中含有的溅沫组分和雾沫夹带组分被送回蒸馏装置并以下文所述的方法进行分离。因此，产物并未受到薄膜蒸发装置的溅沫和雾沫夹带物的污染。

如果仅采用蒸馏装置进行纯化，为保证产物纯度，必须减小馏出



9/13



量和进料量的比值(馏出量/进料量,下文称为蒸馏比)。因此,产量会降低。另一方面,可以进行简单蒸馏,但是为了提高蒸馏比和增加产量,可以通过在蒸馏装置中装填填充材料或设置一个塔板以及使气液相接触来提高蒸馏效率。然而,提高蒸馏比意味着增大浓度比。如果浓度比上升,则蒸馏装置底部的馏出量会变少,且停留时间会变长。此外,如果浓度比升高,将会使高沸点化合物浓缩且蒸馏装置底部溶液温度会随沸点的升高而升高。温度越高且停留时间越长,则形成的二酯越多。因此,提高浓度比会导致温度上升和停留时间变长以及形成二酯这些问题的出现。另外,温度越高且停留时间越长,则越容易发生聚合。因此,发生麻烦的可能性也就越大。此外,如果通过在蒸馏装置中设置塔板或装填填充材料来提高蒸馏效率,特别是在低压条件(高真空度范围)下,那么塔板或填充材料的压力损失将会极大地影响塔底压力的上升。尤其,如果温度随着压力的增加而上升,则其不利之处在于将会导致聚合和形成二酯。

此外,如果仅采用薄膜蒸发装置进行提纯,则从抑制二酯形成来看是优选的并且由于溶液停留时间变短,可以提高浓度比。此外,因为停留时间短,所以可以抑制二酯和高沸点化合物的形成。甚至在浓度比相同的条件下,使用薄膜蒸发装置时沸腾温度升高量也要小于仅使用蒸馏装置时沸腾温度的升高量,并且可以使温度保持较低。可是,薄膜蒸发装置的馏出蒸汽容易受到其浓缩溶液的溅沫和雾沫夹带物的污染,从而使产物被高沸点杂质污染。因此,其缺点是不易获得高度纯净的产物。此外,薄膜蒸发装置中蒸发表面的薄膜通过圆柱体的旋转和刮刀在蒸发表面搅拌溶液而得以保持。然而,为了形成液膜而进行的旋转和搅拌易于产生溅沫和雾沫夹带且溅沫和雾沫夹带物也很容易污染到馏出的产物。这样,伴随产生溅沫和雾沫夹带是薄膜蒸发装置的一个明显的缺点,即使用丝网阻挡,也是不够的。

另外,本发明(甲基)丙烯酸烷基酯的纯化方法中,优选将蒸馏装置的底部馏出物供入薄膜蒸发装置,并且使薄膜蒸发装置的馏出物经由管路中设有冷凝器的馏出物管线送回带有一部分空塔的蒸馏装



10/13

置。

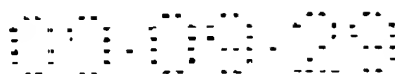
优选使得蒸馏装置经过馏出物管线的升温不致于太高，以及通过在薄膜蒸发装置馏出物管线上设置冷凝器且将馏出物导入蒸馏装置中而使得聚合这种麻烦减少，特别是对于极易聚合的物料而言。此外，优选使用冷凝器的原因在于，通过使用除蒸馏装置外的另一个真空系统可以使薄膜蒸发装置的温度降低，而且进一步浓缩也是可能的。尤其，考虑到抑制聚合和提高效率，优选将冷凝器设置在薄膜蒸发装置的馏出物管线上，因为待提纯的目标产物（甲基）丙烯酸羟烷基酯极易发生聚合。

如果直接从薄膜蒸发装置导出的蒸气未经冷凝器即被导入蒸馏装置且待提纯的目标产物不易聚合，那么，考虑到能源费用，这样将蒸气导入蒸馏装置是很经济的。然而如果待提纯的目标产物正如本发明所述极易发生聚合，且直接从薄膜蒸发装置导出的蒸气未经冷凝器即被导入蒸馏装置，则将会发生聚合之类的问题。

馏出物管线溶液送回的部分不受特别限制，如果该部分是指溶液返回带有一部分空塔的蒸馏装置的那个部分的话。溶液可经过储罐直接返回蒸发装置。溶液亦可返回蒸发装置的供料管路。另外，并非全部溶液而是部分溶液可返回，比如，部分溶液作为母液用来配制稳定剂。优选方式是，全部溶液返回蒸发装置的供料管路。

对于本发明所用冷凝器的形式并没有特别限制，但其实例包括气压冷凝器，纵向壳管式冷凝器和水平壳管式冷凝器。考虑到抑制聚合，优选气压冷凝器和纵向壳管式冷凝器。在选用纵向壳管式冷凝器管侧冷凝方式的情况下，考虑到抑制聚合和操作稳定性，优选类似于气压冷凝器的方式，将馏出物循环淋浴到蒸气中。

本发明的（甲基）丙烯酸羟烷基酯的纯化方法中，为了抑制聚合，除聚合抑制剂之外，优选在含氧气体（0.5~100vol%）存在下进行上述蒸馏。可以采用氧气或空气作为含氧气体。含氧气体的加入量基于塔顶蒸气量优选为0.01vol%或更多，但小于10vol%。若加入量为10vol%或更多，则不可取，因为此时用冷凝器难以使蒸气冷凝，产物损失严



11/13

重。加入含氧气体的位置不受特别限制，但在下述部分加入含氧气体是有效的：加热部分，如其中有液流循环的再沸器的入口以及薄膜蒸发装置的入口；液流停留的部分以及蒸馏装置的气相和/或液相，如蒸馏装置底部液流；或者至少是选自前述部分、下述部分、蒸气管路和冷凝器中的任一部分。

加入聚合抑制剂的部分不受特别限制，但其例子包括此类部分，如作为原料的（甲基）丙烯酸，作为原料的氧化烯，反应器，反应后的溶液，要进行提纯的供入溶液，已提纯的馏出物和供给薄膜蒸发装置的溶液。聚合抑制剂的实例前文已列出。

（本发明的优点和效果）

由于在高温下的停留时间短，所以本发明的纯化方法通过抑制副产物如二酯和聚合产物的形成以及使用蒸馏装置来确保（甲基）丙烯酸羟烷基酯的纯度，使得能够稳定地制得高度纯净的（甲基）丙烯酸羟烷基酯。

以下通过下述一些优选实施方式的实施例与不是按照本发明的对比实施例的对照，来进一步解释本发明。然而本发明并不受这些实施例的限制。

采用气相色谱法分析下述实施例和对比实施例中供入溶液和馏出物的组成。

[实施例1]

按照图1所示方法通过同时使用蒸馏塔和薄膜蒸发装置来提纯甲基丙烯酸2-羟乙基酯。所用的蒸馏塔1是一种带有五块塔板的无挡板（dam-free）孔板蒸馏塔。薄膜蒸发装置2是一种传热表面积为3m²的水平薄膜蒸发装置。

在催化剂铁粉存在下，甲基丙烯酸和环氧乙烷发生反应，将反应产物甲基丙烯酸2-羟乙基酯（包括二酯和其他杂质）以1.0t/hr的流速导入蒸馏塔1的中板，蒸馏塔1操作压力为4hPa，回流比为0.5，以0.95h/hr的流速从塔顶得到馏出物。

将蒸馏塔1塔底物料导入薄膜蒸发装置2。薄膜蒸发装置2操作压力



12/13

为4hPa, 其馏出物经馏出物管线4返回蒸馏塔1, 馏出物管线4的管路上设有冷凝器3, 使0.05t/hr的馏出物变成废液。

上述供入溶液和馏出物中包含的甲基丙烯酸2-羟乙基酯、二酯和其他杂质的组成比列于表1中。

以上工艺过程连续进行三个月, 可是却未产生形成聚合物的问题, 并且上述过程能稳定地操作。

表1

	组成比(重量%)		
	甲基丙烯酸2-羟乙基酯	二酯	其他杂质
供入溶液	95.7	0.07	4.23
馏出物	98.5	0.09	1.41

[对比实施例1]

按照图2所示方法, 仅使用薄膜蒸发装置来提纯甲基丙烯酸2-羟乙基酯。所用的薄膜蒸发装置12是一种传热表面积为3m²的水平薄膜蒸发装置。

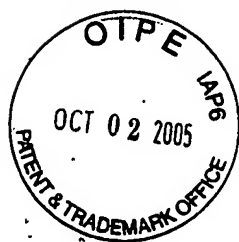
在催化剂铁粉存在下, 甲基丙烯酸和环氧乙烷发生反应, 将反应产物甲基丙烯酸2-羟乙基酯(包括二酯和其他杂质)以0.2 t/hr的流速导入薄膜蒸发装置12。薄膜蒸发装置12操作压力为4hPa, 以0.17h/hr的流速得到馏出物, 余下部分作为废液抛弃。

上述供入溶液和馏出物中包含的甲基丙烯酸2-羟乙基酯、二酯和其他杂质的组成比列于表2中。

以上工艺过程连续进行三个月, 未产生形成聚合物的问题, 并且上述过程能稳定地操作。然而馏出物质量不高。

表2

	组成比(重量%)		
	甲基丙烯酸2-羟乙基酯	二酯	其他杂质
供入溶液	95.7	0.07	4.23
馏出物	95.9	0.12	3.98



13/13

[对比实施例2]

按照图3所示方法，仅使用蒸馏塔来提纯甲基丙烯酸2-羟乙基酯。所用的蒸馏塔21是一种带有五块塔板的无挡板孔板蒸馏塔。

在催化剂铁粉存在下，甲基丙烯酸和环氧乙烷发生反应，将反应产物甲基丙烯酸2-羟乙基酯（包括二酯和其他杂质）以1.0 t/hr的流速导入蒸馏塔21的中板。蒸馏塔21操作压力为4hPa，回流比为0.5，且以0.95h/hr的流速从塔顶得到馏出物。

以0.05 t/hr的流速从蒸馏塔21塔底提取馏出物并使其变成废液。

上述供入溶液和馏出物中包含的甲基丙烯酸2-羟乙基酯、二酯和其他杂质的组成比列于表3中。

以上工艺过程连续进行。然而，一个月之后就产生了形成聚合物的问题，并且上述过程不能稳定地操作。

表3

	组成比(重量%)		
	甲基丙烯酸2-羟乙基酯	二酯	其他杂质
供入溶液	95.7	0.07	4.23
馏出物	98.1	0.48	1.42

在不背离本发明精神或其范围的条件下，可以对本发明的各细节作出改变。而且，前面对本发明优选实施方案所作的描述仅起说明作用，而并不限制由所附权利要求及其等同物所限定的本发明。